

Docket #: 4244-0104PUS1
Application #: 10/820,118
Filed date: April 8, 2004
Inventor: Masato Yoshida et al
Birch, Stewart, Kolasch & Birch LLP
(703) 205-8000

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 4 月 1 4 日
Date of Application:

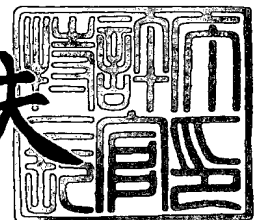
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 0 8 5 1 6
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 1 0 8 5 1 6]

出 願 人 株式会社成和化成
Applicant(s):

2 0 0 4 年 5 月 1 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 4 - 3 0 3 9 5 1 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 JP104100

【提出日】 平成15年 4月14日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 7/075

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 - 1 4 株式会社成和化成内

 【氏名】 吉岡 正人

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 - 1 4 株式会社成和化成内

 【氏名】 内田 咲子

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 - 1 4 株式会社成和化成内

 【氏名】 安達 敬

【特許出願人】

 【識別番号】 000147213

 【住所又は居所】 大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 - 1 4

 【氏名又は名称】 株式会社成和化成

 【代表者】 吉岡 正人

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 083368

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

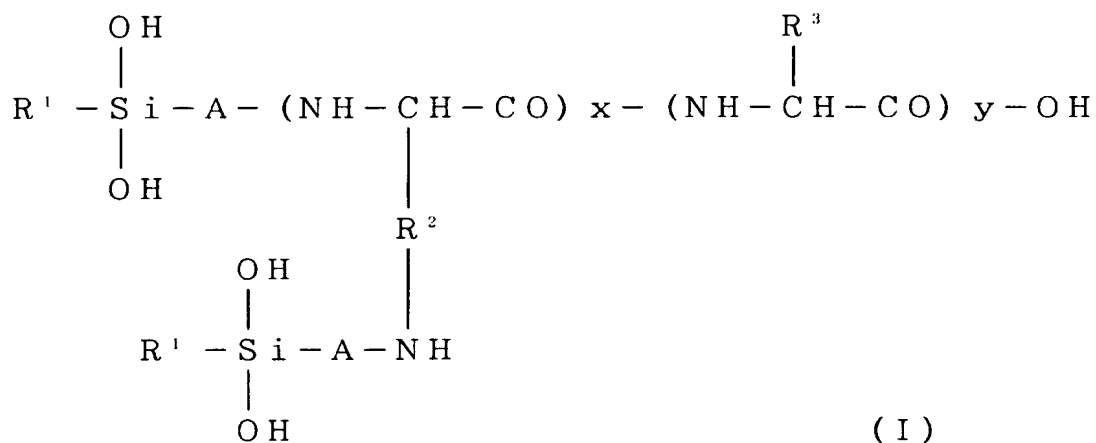
【書類名】 明細書

【発明の名称】 シャンプー

【特許請求の範囲】

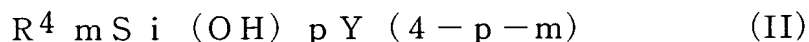
【請求項 1】 下記一般式 (I)

【化 1】



〔式中、 R^1 は水酸基または炭素数 1～3 のアルキル基を示し、 R^2 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、 R^3 は R^2 以外のアミノ酸側鎖を示し、A は結合手で $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{S}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}-$ および $-(\text{CH}_2)_3\text{OCOCH}_2\text{CH}_2-$ よりなる群から選ばれる少なくとも 1 種の基を表し、 x は 0～50、 y は 1～100、 $x+y$ は 1～100 である (ただし、 x および y はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない) 〕

で表されるシリル化ペプチドの一種以上と下記一般式 (II)



〔式中、 m は 0 から 2 の整数で、 p は 2 から 4 の整数、 $m+p \leq 4$ で、 R^4 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 m 個の R^4 は同じでもよく、異なってもよい。 $(4-p-m)$ 個の Y はアルコキシ基または水素原子である〕

で表されるシラン化合物の一種以上とを、反応モル比がシリル化ペプチド：シラ

ン化合物 = 1 : 1 ~ 1 : 1 0 0 の範囲で水溶液中で縮重合させた後、下記の一般式 (III)



〔式中、3 個の R^5 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、3 個の R^5 は同じでもよく、異なってもよい〕

で表されるシラン化合物を水溶液中で付加させることにより得られ、固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 ℃ における粘度が 5 0 0 ~ 2 0 , 0 0 0 m P a · s の範囲内にあるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を含有することを特徴とするシャンプー。

【請求項 2】 シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の含有量が 0 . 0 1 ~ 5 質量 % である請求項 1 記載のシャンプー。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シャンプーに関するものであり、さらに詳しくは、洗髪後の毛髪に艶を付与し、かつ毛髪をなめらかにして櫛通り性を良好にし、しかも毛髪のまとまりやすさを向上させるシャンプーに関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

従来から一般に使用されているシャンプーは、その主剤としてアルキルサルフェート塩、ポリオキシエチレンアルキルサルフェート塩などのアニオン性界面活性剤、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、脂肪酸アルキロールアミドなどの非イオン性界面活性剤、アルキルベタイン、アルキルアミノオキサイドなどの両性界面活性剤を単独またはそれらの混合物を含有したものであり、また、毛髪に柔軟でしっとりした感じを与えるため、カチオン性界面活性剤を添加したものも提案されている。

【 0 0 0 3 】

しかしながら、これらの界面活性剤を含有するシャンプーで毛髪を洗髪すると、毛髪の表面に存在する皮脂やその他の油分が過剰に洗い流され、その結果、毛

髪の艶や潤いが失われるとともに、毛髪がパサパサ、ガサガサするなど、毛髪の感触が非常に悪くなり、また櫛通り性やブラッシング性が悪くなって、枝毛、切毛の原因になる。

【0004】

そこで、このシャンプーにおいても、他の毛髪化粧品で提案されているように、シリコンオイルと呼ばれるシリコン化合物とポリペプチドを配合して、シリコン化合物の有する優れた伸展性、毛髪への艶・光沢の付与作用や、毛髪への撥水性付与による保護作用などと、ポリペプチドの有する毛髪への収着作用、造膜による保護作用や保湿作用などを発揮させるようにすることが考えられる。

【0005】

しかしながら、シリコン化合物は、本来、疎水性（親油性）物質であり、ポリペプチドは、本来、親水性物質であるため、これらは相溶しにくく、これらを併用して配合した場合には、乳化安定性に欠け、分離しやすいため、シャンプーとしての商品価値が損なわれやすく、また、先にシリコン化合物と接触した部分にはポリペプチドが付着しにくく、その逆に先にポリペプチドと接触した部分にはシリコン化合物が付着しにくく、両者の特性を十分に発揮させることができないという問題があった。

【0006】

そのため、本発明者らは、加水分解ペプチドにシリル基を付加したシリル化ペプチドを開発し、シャンプーに配合して加水分解ペプチドの有する艶、潤い感、毛髪のまとまりやすさの付与作用とシリル基の有する艶やなめらかさの付与作用を同時に発揮させることを試みてきた（例えば、特開平8-81339号公報）。

【0007】

しかしながら、上記シリル化ペプチドはペプチド部分に付加するシリル基が一つのため、高分子シリコンに比べると毛髪表面へのなめらかさの付与作用に劣るという問題があり、また、親水性のペプチド部分が大きいため、シャンプー中に洗い流されて頭髮に収着する量が少なくなり、十分に満足できるものではなかった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

従って、本発明は、シリコン化合物の優れた特性とポリペプチドの優れた特性を十分に発揮させ、毛髪に艶を付与し、かつ毛髪をなめらかにして櫛通り性を良好にし、しかも毛髪のまとまりやすさを向上させることができるシャンプーを提供することを目的とする。

【0009】

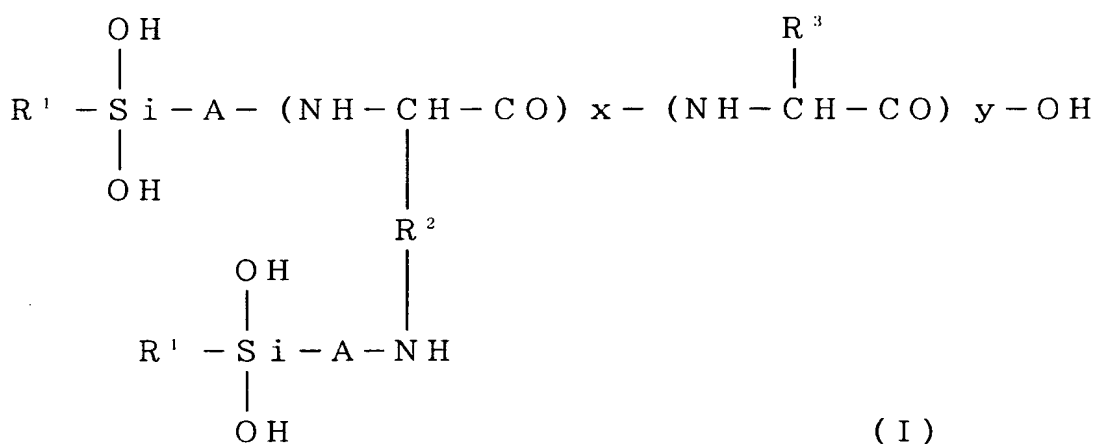
【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、下記一般式

(I)

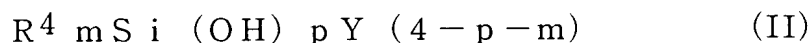
【0010】

【化2】



〔式中、 R^1 は水酸基または炭素数1～3のアルキル基を示し、 R^2 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基を示し、 R^3 は R^2 以外のアミノ酸側鎖を示し、Aは結合手で $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{S}-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3\text{NH}-$ および $-(\text{CH}_2)_3\text{OCOCH}_2\text{CH}_2-$ よりなる群から選ばれる少なくとも1種の基を表し、 x は0～50、 y は1～100、 $x+y$ は1～100である（ただし、 x および y はアミノ酸の数を示すのみで、アミノ酸配列の順序を示すものではない）〕

で表されるシリル化ペプチドの一種以上と下記一般式 (II)



[式中、 m は0から2の整数で、 p は2から4の整数、 $m+p \leq 4$ で、 R^4 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 m 個の R^4 は同じでもよく、異なってもよい。 $(4-p-m)$ 個の Y はアルコキシ基または水素原子である]

で表されるシラン化合物の一種以上とを、反応モル比がシリル化ペプチド：シラン化合物＝1：1～1：100の範囲で水溶液中で縮重合させた後、下記一般式 (III)



[式中、3個の R^5 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、3個の R^5 は同じでもよく、異なってもよい]

で表されるシラン化合物を水溶液中で付加させることにより得られ、固形分濃度が70%の時の20℃における粘度が500～20,000 mPa・sの範囲内にあるシリル化ペプチド－シラン化合物共重合組成物を含有させてシャンプーを調製するときは、毛髪に艶を付与し、毛髪をなめらかにし、かつ毛髪の櫛通り性などを改善し、さらに毛髪がまとまりやすくなることを見出し、本発明を完成するにいたった。

【0011】

なお、上記一般式 (I) における x 、 y 、および、一般式 (II) における m 、 p 、 $(4-p-m)$ は下付け文字である。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明のシャンプーに用いるシリル化ペプチド－シラン化合物共重合組成物は、例えば、特開2001-48732号公報、特開2001-48775号公報などに開示の方法で合成できるが、具体的に示すと下記の通りである。

【0013】

シリル化ペプチド－シラン化合物共重合組成物の一方の成分である、上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドは、特開平8-59424号公報および特

開平 8-67608 号公報に開示の方法で水溶液中で容易に合成できる。

【0014】

上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 R^2 は側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸の末端アミノ基を除く側鎖の残基であるが、上記のような側鎖の末端にアミノ基を有する塩基性アミノ酸としては、例えば、リシン、アルギニン、ヒドロキシリシンなどが挙げられる。また、 R^3 は R^2 以外のアミノ酸側鎖を示すが、そのようなアミノ酸としては、例えば、グルタミン酸、アスパラギン酸、アラニン、セリン、トレオニン、バリン、メチオニン、ロイシン、イソロイシン、チロシン、フェニルアラニン、プロリン、ヒドロキシプロリンなどが挙げられる。

【0015】

上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドにおいて、 x は 0～50、好ましくは 0 より大きく 10 以下であり、 y は 1～100、好ましくは 1～50、 $x+y$ は 1～100、好ましくは 2～50 である。すなわち、 x が上記範囲より大きくなると、側鎖のアミノ基に結合するシリル基が増え、ペプチド本来の毛髪への収着作用が減少し、 y が上記範囲より大きくなると、ペプチド部分に対するシリル基部分の割合が少なくなってシリル基部分が有する特性を十分に発揮することができなくなり、 $x+y$ が上記範囲より大きくなるとペプチドとしての毛髪への収着性や浸透性が低分子ペプチドに比べて減少するからである。なお、上記の x 、 y や $x+y$ は、理論的には整数であるが、ペプチド部分が加水分解ペプチドである場合は、該加水分解ペプチドが分子量の異なるものの混合物として得られるため、測定値は平均値になる。

【0016】

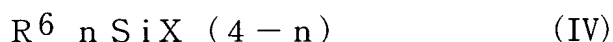
上記一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドのペプチド部分としては、天然ペプチド、合成ペプチド、タンパク質（蛋白質）を酸、アルカリ、酵素またはそれらの併用で部分加水分解して得られる加水分解ペプチドなどが挙げられるが、タンパクの入手の容易さやペプチド部分の数平均分子量のコントロールしやすさから、加水分解ペプチドを用いるのが好ましい。

【0017】

加水分解ペプチドとしては、例えば、コラーゲン（その変性物であるゼラチンも含む）、ケラチン、絹フィブロイン（シルク）、セリシン、カゼイン、コンキオリン、エラスチン、鶏、あひるなどの卵の卵黄タンパク、卵白タンパク、大豆タンパク、小麦タンパク、トウモロコシタンパク、米（米糠）タンパク、ジャガイモタンパクなどの動植物由来のタンパク、あるいは、サッカロミセス属、カンディダ属、エンドミコプシス属の酵母菌や、いわゆるビール酵母、清酒酵母といわれる酵母菌より分離した酵母タンパク、キノコ類（担子菌）より抽出したタンパク、クロレラより分離したタンパクなどの微生物由来のタンパクを酸、アルカリ、酵素またはそれらの併用で部分的に加水分解して得られるペプチドが挙げられる。

【0018】

本発明のシャンプーに含有させるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物のもう一方の成分であるシラン化合物は、上記一般式（II）に示すものであるが、この化合物は、下記一般式（IV）



〔式中、 n は0から2の整数で、 R^6 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、 n 個の R^6 は同じでもよく、異なってもよい。（ $4-n$ ）個の X は水酸基、アルコキシ基およびハロゲン基からなる群から選ばれる少なくとも1種の基である〕

で表されるシラン化合物を水溶液中で加水分解することにより得られる。なお、上記一般式（IV）において、 n 、（ $4-n$ ）は下付け文字である。

【0019】

一般式（IV）で表されるシラン化合物の具体例としては、テトラメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルジメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、デシルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、N-（2-アミノエチル）-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-（2-アミノエチル）-3-アミノプロピルメチルジメト

キシシラン、3-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-フェニル-3-アミノプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルトリメトキシシラン、3-クロロプロピルメチルジメトキシシラン、3-メルカプトプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、ジメチルオクタデシル〔3-(トリメトキシシリル)プロピル〕アンモニウムクロライド、3-(トリメトキシシリル)プロピルポリオキシエチレン(10)エーテル、テトラエトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルジエトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルメチルジエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(2-アミノエチル)-3-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、3-アミノプロピルトリエトキシシラン、3-クロロプロピルトリエトキシシラン、3-クロロプロピルメチルジエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、3-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、3-イソシアネートプロピルトリエトキシシラン、メチルジクロロシラン、メチルトリクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、ビニルトリクロロシラン、3-クロロプロピルメチルジクロロシランなどが挙げられる。

【0020】

上記一般式(I)で表されるシリル化ペプチドと一般式(II)で表されるシリル化合物との反応は、例えば、まず、上記一般式(I)で表されるシリル化ペプチドの水溶液を塩酸や硫酸で酸性側に調整するか、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液で塩基性側に調整し、その中に一般式(IV)で表されるシラン化合物を滴下することにより、上記一般式(IV)で表されるシラン化合物のアルコキシ基やハロゲン基などが加水分解してケイ素原子に直結する水酸基を少なくとも2個有する一般式(II)で表されるシラン化合物になり、その後、中和することによって、一般式(I)で表される親水基を有する有機シラン化合物の水酸基と一般構造式(II)で表されるシラン化合物の水酸基との縮重合が進み、シ

リル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が得られる。

【0021】

加水分解反応は、一般的には pH 1～3 で良好に進行するが、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドによっては酸性側で不溶物が生じやすいものがあり、その際には pH 10～11 で行うのが好ましい。一般式 (IV) で表されるシラン化合物としてアルコキシシラン化合物を用いるときは pH 調整はアルコキシシラン化合物の滴下前のみでよいが、一般式 (IV) で表されるシラン化合物としてハロゲン化シラン化合物やカルボキシシラン化合物を用いて塩基性側で反応する場合は反応中に pH が下がるので、水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などを添加して pH を 10～11 に保つ必要がある。また、一般式 (IV) で表されるシラン化合物としてアミノシラン化合物を用いて酸性側で反応する場合は反応中に pH が上がるので、希塩酸や希硫酸などを添加して pH を 1～3 に保つ必要がある。

【0022】

反応温度は低すぎると反応が進行しにくく、高すぎると上記一般式 (IV) で表されるシラン化合物のアルコキシ基やハロゲン基が急激に加水分解するので、30～60℃が好ましい。また、反応時間は、反応量によっても異なるが、上記一般式 (IV) で表されるシラン化合物を 2～6 時間かけて滴下し、その後の攪拌に 5～20 時間攪拌を続けるのが好ましい。

【0023】

加水分解反応の終了時点では、反応溶液が酸性または塩基性のため、反応溶液が酸性側の場合は水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などのアルカリ水溶液を添加し、反応溶液が塩基性側の場合は希塩酸や希硫酸などの酸水溶液を添加し攪拌して溶液を中和する。この中和によって縮重合がさらに進みシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が得られるが、中和後の攪拌は 1～10 時間程度が好ましい。

【0024】

本発明のシャンプーに用いるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は、上記一般式 (I) で示されるシリル化ペプチドの一種以上と上記一般式 (II)

で示されるシラン化合物の一種以上を、反応モル比で 1 : 1 ~ 1 : 100 の範囲、より好ましくは 1 : 1 ~ 1 : 85 の範囲で縮重合させる。

【0025】

すなわち、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドと一般式 (II) で表されるシラン化合物の反応モル比が上記範囲以下では、シャンプーに含有させた場合、毛髪に艶を付与し、毛髪をなめらかにし、かつ毛髪の櫛通り性などを改善することができず、また、一般式 (I) で表されるシリル化ペプチドと一般式 (II) で表されるシラン化合物の反応モル比が上記範囲以上になっても反応比に見合う毛髪への艶、なめらかさの付与作用の増加が認められないだけでなく、シリコンオイル感を生じ、さらに、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が高粘度となって取り扱いが難しくなる恐れがある。

【0026】

上記のようにして得られたシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は、末端のシリル基に水酸基が残っているため、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物同士が凝集して高分子化する恐れがあり、さらに、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 1 個生じる上記一般式 (III) で表されるシラン化合物を反応させる。

【0027】

上記一般式 (III) で表されるシラン化合物としては、下記一般式 (V)



〔式中、3 個の R^7 は炭素原子がケイ素原子に直接結合する有機基であり、3 個の R^7 は同じでもよく、異なってもよく、Z は水酸基、アルコキシ基およびハロゲン基からなる群から選ばれる少なくとも 1 種の基である〕

で表されるシラン化合物を水溶液中で加水分解することにより得られる。

【0028】

加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が 1 個生じる一般式 (V) で表されるシラン化合物としては、例えば、ジメチルビニルクロロシラン、n-ブチルジメチルクロロシラン、tert-ブチルジメチルクロロシラン、tert-ブチルジフェニルクロロシラン、オクタデシルジメチルクロロシラン、メチルジ

フェニルクロロシラン、トリ-*n*-ブチルクロロシラン、トリエチルクロロシラン、トリメチルクロロシラン、トリ-*n*-プロピルクロロシラン、トリフェニルクロロシラン、トリメチルアイオドシラン、トリメチルエトキシシラン、ジメチルビニルエトキシシラン、ジメチルビニルメトキシシラン、トリメチルエトキシシラン、トリメチルメトキシシラン、トリフェニルエトキシシランなどが挙げられる。

【0029】

また、この他にも、ヘキサメチルジシラザンやヘキサメチルジシロキサンのようなケイ素原子を2個有するシリル化合物も、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が1個生じるので使用することができる。

【0030】

このような加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基が1個生じる一般式(V)で表されるシラン化合物は、ケイ素原子に直結する反応基が一つであるため、それを加水分解して得られる一般式(III)で表されるシラン化合物は、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物中に存在する水酸基と反応して、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物中の水酸基を減少させ、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物がさらに縮重合するのを防止する。すなわち、この一般式(III)で表されるシラン化合物を反応させることによって、保存安定性のよいシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物にすることができる。

【0031】

シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物と一般式(III)で表されるシラン化合物との反応は、例えば、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の水溶液中に一般式(V)で表されるシラン化合物を滴下することにより、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の水酸基と一般式(III)で表されるシラン化合物の水酸基が縮合する。

【0032】

ただし、上記一般式(V)で表されるシラン化合物においてZがハロゲン基のシラン化合物は加水分解性がよいので、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物水溶液中に上記一般式(V)で表されるシラン化合物を直接滴下すること

によって上記反応は進行するが、上記一般式 (V) で表されるシラン化合物で Z がアルコキシ基のものや、ヘキサメチルジシロキサンなどのケイ素原子が 2 個のシラン化合物では、あらかじめ pH 2 ~ 3 の水溶液中で加水分解して一般式 (II I) で表されるシラン化合物とし、その後、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物水溶液に滴下する必要がある。

【0033】

シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物と上記一般式 (V) で表されるシラン化合物との反応温度は 30 ~ 60 °C が好ましい。また、反応時間は、反応量によっても異なるが、一般式 (V) で表されるシラン化合物の滴下に 30 分 ~ 2 時間、その後の攪拌は 1 ~ 6 時間程度が好ましい。

【0034】

攪拌終了後、反応溶液を水酸化ナトリウム水溶液や水酸化カリウム水溶液などのアルカリ水溶液で中和し、さらに 1 ~ 10 時間程度攪拌を続けて反応を完結させることによって、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物が得られ、pH や濃度を調整後、固形分濃度が 70 % の時の 20 °C における粘度が 500 ~ 20,000 mPa · s の範囲内にあるものが本発明のシャンプーに用いられる。

【0035】

本発明のシャンプーに含有させるシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物を、固形分濃度が 70 % の時の 20 °C における粘度が 500 ~ 20,000 mPa · s の範囲内のものと規定しているのは、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の固形分濃度が 70 % の時の 20 °C における粘度が上記範囲以下では、重合が不十分で、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の効果が現れない恐れがあり、粘度が上記範囲以上になると、シリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物に流動性がなくなり、取り扱いにくくなるからである。

【0036】

本発明のシャンプーにおいて、固形分濃度が 70 % の時の 20 °C における粘度が 500 ~ 20,000 mPa · s のシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物のシャンプー中の含有量 (シャンプー中への配合量) は、0.01 ~ 5 質量 % が好ましく、特に 0.05 ~ 2.5 質量 % が好ましい。これは、シリル化ペプ

チドーシラン化合物共重合組成物の含有量が上記範囲より少ない場合は、毛髪に艶を付与し、毛髪をなめらかにし、櫛通り性を改善し、毛髪をまとまりやすくする効果が十分に得られない恐れがあり、また、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の含有量が上記範囲より多くなると、このシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は水に難溶性で、日々の使用での蓄積性があるため、シャンプー後の毛髪にごわつきやべたつきを生じる恐れがあるからである。そして、シャンプーへの配合にあたって、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物は単独で用いてもよいし、2種以上を混合して用いてもよい。

【0037】

本発明のシャンプーの調製にあたっては、固形分濃度が70%の時の20℃における粘度が500～20,000 mPa・sのシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有させることを除いては、従来同様に行うことができる。

【0038】

例えば、シャンプーの主剤となる界面活性剤としては、従来同様に各種のものをを用いることができ、例えば、アニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン性界面活性剤などを単独または2種以上混合して用いることができる。そして、これら界面活性剤の使用量は、通常、シャンプー中0.1～25重量%、特に2～25重量%、とりわけ5～15重量%程度が好ましい。

【0039】

アニオン性界面活性剤としては、例えば、ラウリル硫酸アンモニウム、ラウリル硫酸エタノールアミン、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸トリエタノールアミンなどのアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレン(2EO)ラウリルエーテル硫酸トリエタノールアミン(なお、EOはエチレンオキサイドで、EOの前の数値はエチレンオキサイドの付加モル数を示す)、ポリオキシエチレン(3EO)アルキル(炭素数11～15のいずれかまたは2種以上の混合物)エーテル硫酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ラウリルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ラウリルベンゼンスルホン酸トリエタノールアミンなどのアルキルベンゼンスルホン酸塩、ポリオキシエチレン(3EO)トリデシ

ルエーテル酢酸ナトリウムなどのポリオキシエチレンアルキルエーテル酢酸塩、アルカンスルホン酸ナトリウム、硬化ヤシ油脂肪酸グリセリン硫酸ナトリウム、ウンデシレノイルアミドエチルスルホコハク酸二ナトリウム、オクチルフェノキシジエトキシエチルスルホン酸ナトリウム、オレイン酸アミドスルホコハク酸二ナトリウム、スルホコハク酸ジオクチルナトリウム、スルホコハク酸ラウリル二ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキル（炭素数12～16）エーテルリン酸塩（2～12EO）、ポリオキシエチレンオレイルエーテルリン酸ナトリウム、ポリオキシエチレンセチルエーテルリン酸ナトリウム、スルホコハク酸ポリオキシエチレンラウリルエーテル二ナトリウム、ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸ナトリウム、ラウリルスルホコハク酸ナトリウム、テトラデセンスルホン酸ナトリウムなどが挙げられる。

【0040】

ノニオン性界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキル（炭素数12～14）エーテル（7EO）、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンオレイン酸グリセリル、ポリオキシエチレンステアリルエーテル、ポリオキシエチレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンセチルステアリルジエーテル、ポリオキシエチレンソルビトールラノリン脂肪酸（40EO）、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンセチルエーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンデシルテトラデシルエーテル、デシルポリグリコシド、ラウリルポリグリコシド、セチルポリグリコシド、ポリオキシエチレンラノリンアルコール、ポリオキシプロピレンステアリルエーテルなどが挙げられる。

【0041】

両性界面活性剤としては、例えば、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ウンデシルヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタイン、ウンデシル-N-ヒドロキシエチル-N-カルボキシメチルイミダゾリニウムベタイン、ステアリルジヒドロキシエチルベタイン、ステアリルジエチルベタイン、ヤシ油アルキルベタイン、ヤシ油脂肪酸アミドプロ

ピルベタイン、ヤシ油アルキル-N-カルボキシエチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリニウムベタインナトリウム、ヤシ油アルキル-N-カルボキシエトキシエチル-N-カルボキシエチルイミダゾリニウムジナトリウムヒドロキシド、N-ヤシ油脂肪酸アシル-L-アルギニンエチル-DL-ピロリドンカルボン酸塩などが挙げられる。

【0042】

カチオン性界面活性剤としては、例えば、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、塩化セチルトリメチルアンモニウム、塩化セトステアリルトリメチルアンモニウム、塩化ステアリルビス（ジエチレングリコール）ヒドロキシエチルアンモニウム、塩化ベヘニルトリメチルアンモニウム、臭化ジステアリルジメチルアンモニウム、塩化ステアリルジメチルベンジルアンモニウム、臭化ベヘニルトリメチルアンモニウム、ヨウ化セチルトリメチルアンモニウム、塩化オレイルベンジルジメチルアンモニウム、塩化オレイルビス〔ポリオキシエチレン（15EO）〕メチルアンモニウム、塩化トリ〔ポリオキシエチレン（5EO）〕ステアリルアンモニウム、アルキルトリメチルアンモニウム塩、塩化ポリオキシプロピレンメチルジエチルアンモニウム、塩化ミンク油脂肪酸アミドプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウム、アルキルピリジニウム塩、塩化-γ-グルコンアミドプロピルジメチルヒドロキシエチルアンモニウムなどが挙げられる。

【0043】

本発明のシャンプーは、固形分濃度が70%の時の20℃における粘度が500～20,000 mPa・sのシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物と界面活性剤とを必須成分とし、これらを水または水に適宜な溶剤を加えた液に溶解させることによって調製されるが、これらの必須成分以外にも本発明の効果を損なわない範囲で適宜他の成分を添加することができる。

【0044】

そのような添加成分としては、例えば、カチオン化セルロース、カチオン化グアーガム、ポリ塩化ジアリルジメチルアンモニウム、ポリビニルピロリドン、ポリエチレンイミンなどのカチオン性ポリマー、両性ポリマー、アニオン性ポリマーなどの合成ポリマー、イソステアリン酸ジエタノールアミド、ウンデシレン酸

モノエタノールアミド、オレイン酸ジエタノールアミド、牛脂脂肪酸モノエタノールアミド、硬化牛脂脂肪酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸ジエチルアミノエチルアミド、ステアリン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、ヤシ油脂肪酸エタノールアミド、ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド、ラウリン酸イソプロパノールアミド、ラウリン酸エタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ラノリン脂肪酸ジエタノールアミドなどの増粘剤、ワックス、パラフィン、脂肪酸エステル、グリセライド、動植物油などの油脂類、動植物抽出物、ポリサッカライドまたはその誘導体、プロピレングリコール、1, 3-ブチレングリコール、エチレングリコール、グリセリンなどの保湿剤、エタノール、プロパノール、イソプロパノールなどの低級アルコール類、セタノール、ステアリルアルコール、オレイルアルコール、ベヘニルアルコールなどの高級アルコール類、L-アスパラギン酸、L-アスパラギン酸ナトリウム、DL-アラニン、L-アルギニン、グリシン、L-グルタミン酸、L-システイン、L-スレオニンなどのアミノ酸、グリチルリチン酸、カルベノキソロン二ナトリウムなどの甘草誘導体、アラントイン、グアイアズレン、アロエ、 α -ビザボロールなどの消炎剤、サリチル酸、ジンクピリチオン、ピロクトンオラミン、イオウ、硫化セレン、トリクロサン、レゾルシン、ビタミンA、ビタミンB₆などのフケ防止剤、コラーゲン、ケラチン、シルク、セリシン、カゼイン、大豆、小麦、トウモロコシ、ジャガイモ、酵母、キノコ類などの動植物および微生物由来のタンパク加水分解物およびそのN-第4級アンモニウム誘導体、N-アシル化誘導体、N-シリル化誘導体、エステル誘導体などのタンパク質加水分解物誘導体類、鎖状または環状のメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、ジメチルポリシロキサンポリエチレングリコール共重合体、ジメチルポリシロキサンポリプロピレングリコール共重合体、アミノ変性シリコーン、第4級アンモニウム変性シリコーンなどのシリコーン誘導体類、などを挙げることができる。

【0045】

【発明の効果】

本発明のシャンプーは、洗髪後の毛髪に艶を付与し、かつ毛髪をなめらかにし

て櫛通り性を良好にし、しかも毛髪のとまりやすさを向上させる。

【0046】

【実施例】

つぎに、実施例を挙げて本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はそれらの実施例のみに限定されるものではない。なお、実施例や比較例中における各成分の配合量はいずれも質量部によるものであり、配合量が固形分量でないものについては、成分名のあとに括弧書きで固形分濃度を示す。また、濃度を示す%は質量%である。実施例に先だて、実施例で使用したシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物の製造例を示す。

【0047】

製造例 1

N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物〔1:25:25(モル比)〕の製造

内径12cm、容量2リットルの丸底円筒形ガラス製反応容器に、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン(加水分解セリシンの分子量は数平均分子量で約500)の10%水溶液200gと18%塩酸11.5gを加えてpHを1.5にし、60℃に加温した。つぎに400rpmで攪拌しながら、ジメチルジエトキシシラン(信越シリコン社製KBE-22)99.1gとオクチルトリエトキシシラン(日本ユニカー社製A-137)184.7gの混液を5時間かけて滴下した。滴下終了後、60℃で更に15時間攪拌を続けた。つぎに、攪拌しながら5%水酸化ナトリウム水溶液40.8gを徐々に滴下してpHを6に調整し、さらに60℃で1時間攪拌した。この反応液を60℃、400rpmで攪拌しながらトリメチルクロロシラン(信越シリコン社製KA-31)11.6gを加えた後、60℃で1時間攪拌した。ついで5%水酸化ナトリウム水溶液78.8gを滴下し、pHを6に調整した後、60℃で1時間攪拌し、さらに反応液の温度を80℃に上げ1時間攪拌した。その後、反応液をロータリーエバポレーターにて減圧濃縮して固形分濃度を70%に調整し、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチ

ルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロピル加水分解セリシン—ジメチルジエトキシシラン—オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を 2 6 0 g 得た。

【0 0 4 8】

このようにして得られた N—[2—ヒドロキシ—3—(3'—メチルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロピル加水分解セリシン—ジメチルジエトキシシラン—オクチルトリエトキシシラン共重合組成物の 7 0 % 水溶液の 2 0 ℃ での粘度を、B 型粘度計、ロータ 3、回転数 3 0 回転で測定したところ、粘度は 2 1 2 0 m P a · s であった。

【0 0 4 9】

製造例 2

N—[2—ヒドロキシ—3—(3'—メチルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロピル加水分解コラーゲン—ジメチルジエトキシシラン—オクチルトリエトキシシラン共重合組成物 [1 : 2 5 : 2 5 (モル比)] の製造

内径 1 2 c m、容量 2 リットルの丸底円筒形ガラス製反応容器に、N—[2—ヒドロキシ—3—(3'—メチルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロピル加水分解コラーゲン（加水分解コラーゲンの分子量は数平均分子量で約 5 0 0）の 1 0 % 水溶液 1 5 0 g と 1 8 % 塩酸 7 . 6 g を加えて p H を 1 . 5 にし、6 0 ℃ に加温した。つぎに 4 0 0 r p m で攪拌しながら、ジメチルジエトキシシラン（信越シリコン社製 K B E - 2 2）7 9 . 7 g とオクチルトリエトキシシラン（日本ユニカー社製 A - 1 3 7）1 4 8 . 6 g の混液を 5 時間かけて滴下した。滴下終了後、6 0 ℃ で更に 1 5 時間攪拌を続けた。つぎに、攪拌しながら 5 % 水酸化ナトリウム水溶液 2 2 . 9 g を徐々に滴下して p H を 6 に調整し、さらに 6 0 ℃ で 1 時間攪拌した。この反応液を 6 0 ℃、4 0 0 r p m で攪拌しながらトリメチルクロロシラン（信越シリコン社製 K A - 3 1）9 . 3 g を加えた後、6 0 ℃ で 1 時間攪拌した。次いで 5 % 水酸化ナトリウム水溶液 6 8 . 5 g を滴下し、p H を 6 に調整した後、6 0 ℃ で 1 時間攪拌し、さらに反応液の温度を 8 0 ℃ に上げ 1 時間攪拌した。その後、反応液をロータリーエバポレーターにて減圧濃縮して固形分濃度を 7 0 % に調整し、N—[2—ヒドロキシ—3—(3'—メチルジヒドロキシシリル) プロポキシ] プロピル加水分解コラーゲン—ジメチル

ジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を 211.9 g 得た。

【0050】

このようにして得られた N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物の 70%水溶液の 20℃での粘度を、製造例 1 と同じ条件で測定したところ、粘度は 1116 mPa・s であった。

【0051】

製造例 3

N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルク-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物 [1:40:40 (モル比)] の製造

内径 12 cm、容量 2 リットルの丸底円筒形ガラス製反応容器に、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルク（加水分解シルクの分子量は数平均分子量で約 600）の 10%水溶液 127.3 g と 18%塩酸 4.8 g を加えて pH を 1.5 にし、60℃に加熱した。つぎに 400 rpm で攪拌しながら、ジメチルジエトキシシラン（信越シリコン社製 KBE-22）88.0 g とオクチルトリエトキシシラン（日本ユニカー社製 A-137）164.0 g の混液を 5 時間半かけて滴下した。滴下終了後、60℃で更に 15 時間攪拌を続けた。つぎに、攪拌しながら 5%水酸化ナトリウム水溶液 17.1 g を徐々に滴下して pH を 6 に調整し、さらに 60℃で 1 時間攪拌した。この反応液を 60℃、400 rpm で攪拌しながらトリメチルクロロシラン（信越シリコン社製 KA-31）6.4 g を滴下し、60℃で 1 時間攪拌した。ついで攪拌しながら 5%水酸化ナトリウム水溶液 45.7 g を徐々に滴下して pH を 6 に調整した後、60℃で 1 時間攪拌し、さらに反応液の温度を 80℃に上げ 1 時間攪拌した。その後、反応液をロータリーエバポレーターにて減圧濃縮して固形分濃度を 70%に調整し、N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルク-

ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を 209 g 得た。

【0052】

このようにして得られた N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルク-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物の 70%水溶液の 20℃での粘度を、製造例 1 と同じ条件で測定したところ、粘度は 640 mPa・s であった。

【0053】

実施例 1 および比較例 1～2

表 1 に示す組成の 3 種類のシャンプーを調製し、それぞれのシャンプーを用いて毛髪を 10 回洗浄し、洗浄後の毛髪のなめらかさを調べ、艶、櫛通り性および毛髪のまとまりやすさについて評価した。

【0054】

実施例 1 では、製造例 1 で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物の N-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解セリシン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を用い、比較例 1 ではシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物に代えて、ペプチド部分の数平均分子量が約 500 のシリル化加水分解セリシンを用い、比較例 2 はシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物やシリル化ペプチドなどを用いていない。

【0055】

【表 1】

	実施例 1	比較例 1	比較例 2
製造例 1 のシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物 (70%)	1.0	0	0
シリル化加水分解セリシン (20%)	0	5.0	0
ヤシ油脂肪酸加水分解コラーゲンカリウム (35%) [成和化成社製プロモイス E C P (商品名)]	50.0	50.0	50.0
ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	3.5	3.5	3.5
バラオキシ安息香酸エステル・フェノキシエタノール混合物 [成和化成社製セイセプト H (商品名)]	0.5	0.5	0.5
香料	適量	適量	適量
滅菌イオン交換水	計 100	計 100	計 100
	とする	とする	とする

【0056】

上記シャンプーによる処理に先だって、長さ 15 cm で重さ 1.5 g の毛束を 3 本用意し、2% ポリオキシエチレン (3) ラウリルエーテル硫酸ナトリウム水溶液で洗浄し、水道水流水中でゆすいだ後、ヘアドライヤーで乾燥し、シャンプー処理用毛束とした。これらの毛束をお湯で濡らした後、実施例 1 および比較例 1~2 のシャンプーをそれぞれ 1 g 用いてそれぞれの毛束を洗浄し、お湯の流水中ですすぎ、ヘアドライヤーで乾燥した。このシャンプー洗浄、すすぎ、ヘアドライヤー乾燥の操作を 10 回繰り返し行なった後、各毛束はなめらかさの試験に供した。

【0057】

毛髪のはなめらかさの評価は、カトーテック (株) 製の摩擦感テスター KES-SE を使用し、湿度 $40 \pm 1\%$ 、温度 $22^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ の条件下で処理毛髪表面の摩

擦力を測定した。なお、この装置においては、なめらかさ（ざらつき）は、試料の表面の一定距離を移動する摩擦子が感じる摩擦係数の平均偏差で表され、単位は無次元であり、値が小さいほど「なめらかである」ことを示している。試験では1試料につき10回測定しその平均値を測定値とした。

【0058】

次に、同じ毛束を用いて、毛髪の艶、櫛通り性、まとまりやすさを10人のパネラーに、最も良いものを〔2点〕とし、2番目に良いものを〔1点〕とし、悪いものを〔0点〕として官能評価させ、その平均値を評価値とした。それらの結果を表2に平均値で示す。

【0059】

【表2】

	実施例 1	比較例 1	比較例 2
毛髪のなめらかさ (摩擦係数の平均偏差)	0.0040	0.0045	0.0051
処理後の毛髪の 艶	1.6	1.4	0
櫛通り性	2.0	1.0	0
まとまりやすさ	1.8	1.2	0

【0060】

表2に示すように、毛髪のなめらかさを示す摩擦係数の平均偏差は、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有する実施例1のシャンプーで洗浄した毛髪が最も小さく、シリル化ペプチドを配合した比較例1のシャンプーで洗浄した毛髪の88.9%、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物やシリル化ペプチドなどを含まない比較例2のシャンプーで洗浄した毛髪の78.4%であった。この結果から、実施例1に配合されているN-[2-ヒドロキシ-3-

(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物は、シャンプーに含有させると、毛髪表面に吸着し、毛髪表面をなめらかにする作用に発揮することが明らかであった。

【0061】

また、毛髪の官能評価では、実施例1のシャンプーで洗浄した毛髪は比較例1～2のシャンプーで処理した毛髪に比べて毛髪の艶、櫛通り性およびまとまりやすさのいずれの評価項目においても評価値が高く、実施例1のシャンプーに配合したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は、洗浄後の毛髪に艶、良好な櫛通り性およびまとまりやすさを向上させる効果に優れていることが明らかであった。

【0062】

実施例2および比較例3

表3に示す組成の2種類のシャンプーを調製し、それぞれのシャンプーを用いて毛髪を洗浄し、洗浄後の毛髪の艶、なめらかさ、櫛通り性およびまとまりやすさを官能評価した。

【0063】

実施例2では、製造例2で製造したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物のN-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解コラーゲン-ジメチルジエトキシシラン-オクチルトリエトキシシラン共重合組成物を用い、比較例3ではシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物に代えてペプチド部分の数平均分子量が約500であるシリル化加水分解コラーゲンを用いている。

【0064】

【表 3】

	実施例 2	比較例 3
製造例 2 のシリル化加水分解ペプチド-シラン化合物 共重合組成物 (70%)	0.2	0
シリル化加水分解コラーゲン (20%)	0	0.7
N-ラウロイル-L-グルタミン酸モノナトリウム	15.0	15.0
ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	3.5	3.5
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム (30%)	3.3	3.3
バラオキシ安息香酸エステル・フェノキシエタノール 混合物〔成和化成社製セイセプト H (商品名)〕	0.5	0.5
香料	適量	適量
滅菌イオン交換水	計 100 とする	計 100 とする

【0065】

上記シャンプーの官能評価試験は、10 人のパネラー（女性 7 人、男性 3 人）に、頭髮を左右 2 つに分け、右または左の頭髮を実施例 2 のシャンプーで洗浄し、他方の頭髮を比較例 3 のシャンプーで洗浄させるハーフヘッド法で行った。シャンプーの使用量は、各パネラーの頭髮の量や長さにより異なるが、毎日 1 回洗髪させ、7 日間の使用後に、毛髪の艶、なめらかさ、櫛通り性およびまとまりやすさについて、実施例 2 と比較例 3 のシャンプーのどちらの方が良いか、あるいは両者に差がない（同じ程度）かを評価させた。その結果を表 4 に実施例 2 の方が良いと答えた人数、比較例 3 が良いと答えた人数、両者に差はないと答えた人数で示す。

【0066】

【表 4】

	実施例 2 の 方が良いと 答えた人数	比較例 3 の 方が良いと 答えた人数	両者に差は ないと答え た人数
洗髪後の毛髪の			
艶	9	0	1
なめらかさ	10	0	0
櫛通り性	10	0	0
まとまりやすさ	7	0	3

【0067】

表 4 に示すように、いずれの項目においても、実施例 2 の方が良いと答えた人数が多く、特に洗髪後の毛髪のなめらかさや櫛通り性に関しては、パネラー全員が実施例 2 の方が良いと答えていて、実施例 2 に含有させたシリル化ペプチド—シラン化合物の N—〔2—ヒドロキシ—3—（3′—メチルジヒドロキシシリル）プロポキシ〕プロピル加水分解コラーゲン—ジメチルジエトキシシラン—オクチルトリエトキシシラン共重合組成物は、毛髪になめらかさや櫛通り性を付与する効果に優れていることが明らかであり、さらに、毛髪に良好な艶を与え、洗髪後の毛髪がまとまりやすくする作用を有していることも明らかであった。

【0068】

実施例 3 および比較例 4～5

表 5 に示す 3 種類のシャンプーを調製し、それぞれのシャンプーを用いて毛髪を 10 回洗浄し、洗浄後の毛髪のなめらかさを調べ、艶、櫛通り性および毛髪のまとまりやすさについて評価した。

【0069】

実施例 3 では、製造例 3 で製造したシリル化ペプチド—シラン化合物共重合組成物の N—〔2—ヒドロキシ—3—（3′—メチルジヒドロキシシリル）プロポ

キシ〕プロピル加水分解シルクージメチルジエトキシシランーオクチルトリエトキシシラン共重合組成物を用い、比較例 4 ではシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物に代えて、ペプチド部分の数平均分子量が約 600 のシリル化加水分解シルクを用い、比較例 5 はシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物やシリル化ペプチドなどを用いていない。

【0070】

【表 5】

	実施例 3	比較例 4	比較例 5
製造例 3 で製造したシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物 (70%)	0.1	0	0
シリル化加水分解シルク (20%)	0	0.4	0
3-ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルベタイン (30%)	17.1	17.1	17.1
ポリオキシエチレン (2) ドデシルエーテル硫酸塩	8.3	8.3	8.3
ポリオキシエチレン (100EO) ソルビタンモノラウレート	7.5	7.5	7.5
パラオキシ安息香酸エステル・フェノキシエタノール混合物〔成和化成社製セイセプト H (商品名)〕	0.5	0.5	0.5
香料	適量	適量	適量
滅菌イオン交換水	計 100 とする	計 100 とする	計 100 とする

【0071】

上記実施例 3 および比較例 4～5 のシャンプーを用いて、それぞれ長さ 15 cm で重さ 1.5 g の毛束を洗浄した。洗浄にはシャンプー 0.5 g を用いて温水

で洗浄した後、温水ですすぎ、ヘアドライヤーで乾燥した。この操作を10回繰り返した後、実施例1と同様に、摩擦感テスターを用いて毛髪表面のなめらかさを測定し、ついで10人の女性パネラーに、毛髪の艶、なめらかさ、櫛通り性およびまとまりやすさについて実施例1と同じ評価基準で評価させた。それらの結果を表6に平均値で示す。

【0072】

【表6】

	実施例3	比較例4	比較例5
毛髪のなめらかさ (摩擦係数の平均偏差)	0.0043	0.0046	0.0050
処理後の毛髪の 艶	1.7	1.3	0
櫛通り性	1.9	1.1	0
まとまりやすさ	1.8	1.2	0

【0073】

表6に示すように、毛髪のなめらかさを示す摩擦係数の平均偏差は、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有する実施例3のシャンプーで洗浄した毛髪が最も小さく、シリル化ペプチドを含有する比較例4シャンプーで洗浄した毛髪の93.5%、シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物やシリル化ペプチドなどを含まない比較例5のシャンプーで洗浄した毛髪の82.7%であった。この結果から、実施例3に配合されているN-[2-ヒドロキシ-3-(3'-メチルジヒドロキシシリル)プロポキシ]プロピル加水分解シルクージメチルジエトキシシランーオクチルトリエトキシシラン共重合組成物は、シャンプーに含有させると、毛髪表面に吸着し、毛髪表面をなめらかにする作用に発揮することが明らかであった。

【0074】

また、毛髪の官能評価では、実施例3のシャンプーで洗浄した毛髪は比較例4～5のシャンプーで処理した毛髪に比べて毛髪の艶、櫛通り性およびまとまりやすさのいずれの評価項目においても評価値が高く、実施例3のシャンプーに配合したシリル化ペプチド-シラン化合物共重合組成物は、洗浄後の毛髪に艶、良好な櫛通り性およびまとまりやすさを向上させる効果に優れていることが明らかであった。

【書類名】 要約書

【要約】

【目的】 洗髪後の毛髪に艶を付与し、かつ毛髪をなめらかにし、毛髪の櫛通り性などを改善するシャンプーを提供する。

【構成】 ケイ素原子に直結する水酸基を 2 個以上有するシリル化ペプチドと、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基を 2 個以上生じるシラン化合物を縮重合させた後、加水分解によってケイ素原子に直結する水酸基を 1 個生じるシラン化合物を反応させて得られる、固形分濃度が 7 0 % の時の 2 0 ℃ における粘度が 5 0 0 ~ 2 0 , 0 0 0 m P a ・ s の範囲内にあるシリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物を含有させてシャンプーを構成する。シリル化ペプチドーシラン化合物共重合組成物のシャンプー中の含有量が 0 . 0 1 ~ 5 質量%であることが好ましい。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 0 8 5 1 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 4 7 2 1 3]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 1 日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府東大阪市布市町 1 丁目 2 番 1 4 号
氏 名	株式会社成和化成